

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-111414

(43)Date of publication of application : 28.04.1998

(51)Int.Cl.

G02B 6/00

G02B 6/00

G02B 6/18

(21)Application number : 08-263902

(71)Applicant : ASAHI CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 04.10.1996

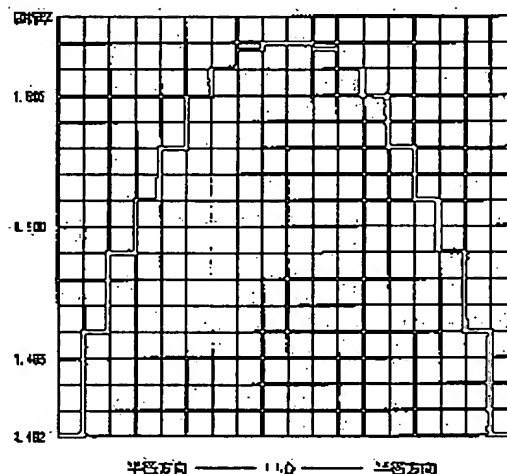
(72)Inventor : TOYOSHIMA SHINICHI

## (54) MULTISTEP INDEX TYPE PLASTIC OPTICAL FIBER AND ITS PRODUCTION

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a multistep index type plastic optical fiber which enables a cost effective mass production with stable quality.

SOLUTION: A PMMA-based resin is used as a first component resin and an AS resin having refractive index  $n_d^{20^\circ C}$  different by  $\geq 0.01$  at the absolute value from the value of this PMMA resin is used as a second component resin. These independent component resins or the resin mixtures are arranged concentrically in  $\geq 5$  layers in such a manner that the refractive index is highest at the central and decreases like a quadratic distribution toward its outer circumferential side.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

09.09.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-111414

(43) 公開日 平成10年(1998) 4月28日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	F I
G 0 2 B 6/00	3 9 1	G 0 2 B 6/00
	3 6 6	3 9 1
6/18		3 6 6
		6/18

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 6 頁)

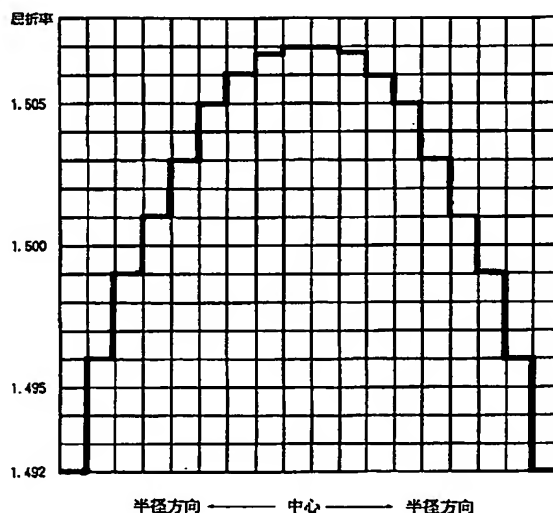
(21) 出願番号	特願平8-263902	(71) 出願人	000000033 旭化成工業株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号
(22) 出願日	平成8年(1996)10月4日	(72) 発明者	豊島 真一 千葉県袖ヶ浦市中袖5-1 旭化成工業株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 渡辺 敏介 (外1名)

(54) 【発明の名称】 マルチステップインデックス型プラスチック光ファイバおよびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 安定した品質で経済的に大量生産を可能とするマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバを提供する。

【解決手段】 PMMA系樹脂を第1成分樹脂とし、屈折率 $n_d 20^\circ\text{C}$ がPMMA系樹脂の値より絶対値において0.01以上異なるAS系樹脂を第2成分樹脂とし、これらの単独成分樹脂または混合樹脂を、中心が最も屈折率が高く、その円周外側に向かって屈折率がほぼ2次分布状に低下するように、5層以上に同心円状に配置したマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバ。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 メチルメタクリレートを主体としたPMMA系樹脂を第1成分樹脂とし、該樹脂とミッシブルに混合して透明な樹脂を形成することが出来、屈折率 $n_d$ 20℃がPMMA系樹脂の値より絶対値において0.01以上異なる樹脂を第2成分樹脂とし、これらの単独成分樹脂または混合樹脂を、中心が最も屈折率が高く、その円周外側に向かって屈折率がほぼ2次分布状に低下するように、少なくとも5層以上に同心円状に配置したことを特徴とするマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバ。

【請求項2】 第2成分樹脂がスチレンとアクリルニトリルを主体とするAS系樹脂であることを特徴とする請求項1に記載のマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバ。

【請求項3】 スチレンとアクリルニトリルを主体とするAS系樹脂が、スチレン構造単位が78～85重量%、アクリルニトリル構造単位が22～15重量%の共重合体であることを特徴とする請求項2に記載のマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバ。

【請求項4】 請求項1～3のいずれかに記載のマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバの製造方法であって、

熔融状態の第1成分樹脂と第2成分樹脂を、計量性と、混合性と移送性能を有するギヤポンプを用いて両成分樹脂の混合割合を調節し、屈折率を調整し、少なくとも5層以上の「超多層複合紡糸ダイ」に供給し、中心に最も屈折率が高い混合樹脂を配置し、その円周外側に向かって、屈折率がほぼ2次分布状に低下するように多段階、同心円状に配置したマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバの連続的製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明はグレーデッドインデックス型プラスチック光ファイバに準ずる、高帯域を有する多段階状屈折率分布を有するマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバとその連続的製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 グレーデッドインデックス(GI)型光ファイバはファイバの中心の屈折率が高く、外側に行くに従って屈折率が2次分布的に低くなる光ファイバのことであり伝送帯域の広いのが特長である。

【0003】 プラスチック製のGIファイバには昭和40年代から多数の提案があるが、なかでも優れたものとして、慶応大学の大塚、小池らの開発によるものが知られている。

【0004】 これらのGI型POFは、予め屈折率分布を有するPMMA系のプリフォームと呼ばれる棒を重合

のである。これらのプリフォームはPMMAのパイプの中でうまく屈折率勾配がつくように重合するのがポイントであり、主としてMMAモノマーと高屈折率の重合性モノマーあるいは非重合性化合物を静置、あるいは回転などの細心の注意を払いながら長時間で重合固化させて製造するものである。このプリフォームの出来具合が、GIファイバの伝送損失や伝送帯域などの重要な性能を決める。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 POFのメリットは大口径で扱い易いことであるが、従来のプリフォーム方式によるGI型POFは重合過程の分子の拡散状態を利用した屈折率分布形成を行ったものであるため、プリフォームロッドはあまり大きなものは製造困難であり、POFのメリットを維持するために直径が0.5mm～1.0mm程度の比較的大口径のファイバに線引きするとすれば、プリフォームから得られるファイバ長は短いものに終わり、生産性に劣る。そして、かかるプリフォームロッドを工業的に安定した品質で量産し、しかも経済的に生産するのはまだ見通しが立っていないのが実状である。

【0006】 本発明は、従来のプリフォーム方式の欠点を解消し、安定した品質で経済的に大量生産を可能とする新規なGI型POF及びその製造方法を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成すべく成された本発明の構成は、以下の通りである。

【0008】 すなわち、本発明の第一は、メチルメタクリレートを主体としたPMMA系樹脂を第1成分樹脂とし、該樹脂とミッシブルに混合して透明な樹脂を形成することが出来、屈折率 $n_d$ 20℃がPMMA系樹脂の値より絶対値において0.01以上異なる樹脂を第2成分樹脂とし、これらの単独成分樹脂または混合樹脂を、中心が最も屈折率が高く、その円周外側に向かって屈折率がほぼ2次分布状に低下するように、少なくとも5層以上に同心円状に配置したことを特徴とするマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバにある。

【0009】 さらに、本発明の第二は、上記本発明第一のマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバの製造方法であって、熔融状態の第1成分樹脂と第2成分樹脂を、計量性と、混合性と移送性能を有するギヤポンプを用いて両成分樹脂の混合割合を調節し、屈折率を調整し、少なくとも5層以上の「超多層複合紡糸ダイ」に供給し、中心に最も屈折率が高い混合樹脂を配置し、その円周外側に向かって、屈折率がほぼ2次分布状に低下するように多段階、同心円状に配置したマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバの連続的製造方法にある。

【0010】 従来のグレーデッドインデックス型のプラ

スチック光ファイバの確立された製造方法はブリフォームと呼ばれるロッドの重合時にモノマーの拡散により屈折率勾配を付けたものであるが、本発明のマルチステップインデックス型のプラスチック光ファイバは、屈折率の異なる樹脂を多層に成形したものであり量産性のあるものである。しかし、ファイバの屈折率の勾配は階段状になる。これは必ずしも好ましいことではないが、コストパフォーマンス的に見て妥協を許すものである。階段の数が無限になれば、屈折率勾配は滑らかになるが、5層段以上とすることにより、プラスチック光ファイバとしての伝送帯域に向上が現れる。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明に係る第1成分樹脂としてはメチルメタクリレートホモポリマー或はメチルメタクリレートが50重量%以上のアクリル酸エステル、メタクリル酸エステル、あるいはその他共重合可能な成分との共重合体などであり、これらのPMMA系樹脂の好ましいメルトフローインデックスは、オリフィスの直径2mm、長さ8mmで、230℃、3.8Kg荷重にて0.2~60g/10分の範囲のものが使用でき、特に好ましくは1.0~40g/10分のものが好ましい。その他、これらのPMMA系樹脂の中に含まれる異物を極力排除し、かつ、熱による着色を抑えるための配慮として、連続溶液重合または連続塊状重合により樹脂の製造を行い、後述の樹脂混合から紡糸工程を一貫した連続工程に組み込んで行うのが好ましい。

【0012】一方、第2成分樹脂としては、前記PMMA系樹脂とはよく相溶し、分子状に混合し得るミッシブルな樹脂を選ぶ必要がある。この理由は、後述する、樹脂を混合して、屈折率を変えた層樹脂を次々に製造していくことの他に、各層の樹脂が接する面での樹脂の相溶性がよく滑らかな屈折率分布が付与できる点で重要である。しかも、熔融状態で混合したり、複合紡糸成形したりすることから、精々250℃以下でミッシブルとなる樹脂を選ばなければならない。しかも、これらの樹脂のもう一つの重要な性質として、PMMA系樹脂に比べて屈折率が異なっている必要がある。その屈折率の差の絶対値の程度は、目安としてナトリウムD線に対する屈折率 $n_d 20^\circ\text{C}$ において、0.01以上ある必要がある。

【0013】上記の第2成分樹脂としては、例えばアクリロニトリルとスチレンの共重合体であるAS樹脂がある。中でもスチレン構造単位が78~85重量%、アクリロニトリル構造単位が22~15重量%の共重合体であるものは、AS樹脂をPMMA系樹脂と250℃以下で混合するなどの処理を行っても、完全にミッシブルに混合できるので好ましい。その他、有効な樹脂としてはメチルメタクリレートとメタクリル酸又はアクリル酸のような不飽和カルボン酸とスチレン又は $\alpha$ -メチルスチレンのような芳香族ビニル化合物を共重合し、加熱脱水反応により六員環環化物を含んだ共重合体も相溶性に優れ

る樹脂であり好ましい。さらにその他、メチルメタクリレートとスチレンと無水マレイン酸の共重合体も、PMMA系樹脂とよく相溶して透明となる樹脂であり好ましい。

【0014】以上に述べた第2成分樹脂はいずれも、連続溶液重合または連続塊状重合法により製造することのできる樹脂であり、第1成分樹脂と第2成分樹脂を連続重合法により製造し、樹脂の重合段階から脱揮を一貫して行い、かつ樹脂を熔融状態のまま引き続き、混合や紡糸までの工程を一貫した連続工程で行うことができ、汚染と熱履歴の少ない光学的に優れた樹脂組成物が処理される点で好ましい。

【0015】その他の第2成分樹脂としては、ビニリデンフロライド系の樹脂、例えばビニリデンフロライドとヘキサフロアセトンの共重合体あるいは、これらの2元成分にさらに、トリフロロエチレンやテトラフロロエチレンを加えた3元以上の共重合体は非常に好ましい。さらに、ビニリデンフロライドとヘキサフロロベンゼンの共重合体、あるいはこれらの2元成分にさらに、トリフロロエチレンやテトラフロロエチレンを加えた3元以上の共重合体、さらにビニリデンフロライドとテトラフロロエチレンの2元共重合体、ビニリデンフロライドとトリフロロエチレンの2元共重合体などは、連続重合による一貫工程で紡糸をすることは出来ない樹脂ではあるが、第2成分樹脂として用いることができる。

【0016】以下、特に第2成分樹脂をAS樹脂として、詳細に説明する。

【0017】AS樹脂はアクリロニトリル成分の量により、屈折率が異なり、アクリロニトリル成分が20重量%のAS樹脂では屈折率 $n_d 20^\circ\text{C}$ が1.5747、アクリロニトリル成分が25重量%だと屈折率 $n_d 20^\circ\text{C}$ が1.5695である。

【0018】一方、PMMA系樹脂の屈折率 $n_d 20^\circ\text{C}$ は1.492程度であり、両者の樹脂を混合すると透明な樹脂組成物となり、屈折率は配合に比例して調節ができる。

【0019】これらの樹脂の混合と、複合紡糸ダイへの混合樹脂の供給はギヤポンプのような混合機能があり定量性のある供給装置が好都合である。より好ましい方法としては、PMMA系樹脂及びAS系樹脂は夫々連続重合法により製造し、連続した工程の中で未反応モノマーや溶剤等の揮発成分を脱揮し、熔融状態のまま計量装置を用いてPMMA系樹脂とAS系樹脂の混合割合を多段階に調節して屈折率の勾配が多段階になるように混合し、ギヤポンプなどの混合供給装置を介して複合紡糸ダイに供給し、中心に最もAS濃度が高く屈折率が高い混合樹脂を配置し、その周りを段階的に屈折率がほぼ2次分布状に低下するように多段階・同心円状に配置したプラスチック光ファイバを連続的に製造する。この時、ファイバ軸径方向の層幅は均等に取ってもよいし、均等で

なくてもよいが、必要なことは、軸径方向の屈折率の分布が、中心が最も高く、外側に行くにつれて位置とその場所の屈折率の関係が2次分布状に減少する構造となればよい。

【0020】AS樹脂の好ましいメルトフローインデックスは、オリフィスの直径2mm、長さ8mmで、230℃、3.8Kg荷重にて0.2～60g/10分の範囲のものが使用でき、特に好ましくは1.0～40g/10分のものが好ましい。

【0021】次に、PMMA系樹脂とAS系樹脂の混合から紡糸に至る工程の一具体例を説明する。まず、樹脂層の層数に応じた数のギヤポンプを準備し、夫々のギヤポンプの回転数を予め計算された値に設定して、溶解されたPMMA樹脂を計量する。一方、溶解されたAS樹脂は、前述のPMMA系樹脂の各ギヤポンプの吐出ラインと接続する各混合ギヤポンプにより、予め計量されたPMMA樹脂と混合する。この混合ギヤポンプの回転数は、各層の断面積に比例して制御するようにする。

【0022】ところで、PMMA樹脂のギヤポンプの回転数の設定方法は、混合ギヤポンプで供給される混合樹脂の屈折率と量から算出される。即ち、ファイバの中心が最もAS濃度が高く、屈折率が高い混合樹脂を配置し、その円周外側に向かって、屈折率がほぼ2次分布状に低下するように屈折率分布をつけるべく、AS樹脂とPMMA樹脂の割合を求め、それらの混合樹脂の全量からPMMA樹脂の数量が求められる。もちろん、実際の操作に於いては微調整が伴うことはある。ここでAS樹脂の数量もギヤポンプを用いて計量することは可能であるが、どちらかと言えば、AS樹脂はゲル化や着色し易いため、それを避けた方が好ましい。

【0023】このようにして各層に応じて設計された屈折率勾配のついた樹脂が、設計された断面積分だけ「超多層複合紡糸ダイ」に供給される。ここで「超多層複合紡糸ダイ」とは少なくとも中心層を含め5層以上あるダイのことである。超多層複合紡糸ダイの構造は、図2のように層の数に応じたダイプレートがあり、そのダイプレートには、対応する層の樹脂をガイドするパイプが取り付けられているのが好ましい。ダイの層の数は多ければ多いほど、屈折率勾配がなめらかになるので好ましいが、設備費がかさむのと、1層あたりの樹脂の量が少なくなるため、樹脂の劣化が起こり易くなるという欠点も出てくるので、層の数としては5層から20層程度が好ましい。このようにして、「超多層複合紡糸ダイ」に供給さ

れ、多層構造化された樹脂は、引落しを行い延伸して、直径0.25～2.0mm程度のファイバにする。

【0024】

【実施例】以下、本発明の一実施例を説明する。

【0025】図1にPMMA樹脂とAS樹脂の混合供給工程図を示し、図2に複合紡糸ダイの図を示す。

【0026】酸素不在下に連続溶液重合したメチルメタクリレート98重量%とアクリル酸メチル2重量%の共重合体で、 $n_d 20^\circ\text{C}$ が1.492、メルトフローインデックスが9g/10分のPMMA樹脂を、210℃で脱揮押出機からギヤポンプP1～P9に供給した。ギヤポンプP1～P9の吐出配管は、それぞれ混合ギヤポンプP11～P19の供給側に接続されており、ギヤポンプP1～P9で計量されたPMMA樹脂は混合ギヤポンプP11～P19に供給される。このギヤポンプP1～P9の吐出量はそれぞれ表1の通りとした。

【0027】一方、酸素不在下に連続溶液重合したスチレン80重量%とアクリロニトリル20重量%の共重合体で、 $n_d 20^\circ\text{C}$ が1.575、メルトフローインデックスが10g/10分の樹脂を、210℃で脱揮押出機から直接混合ギヤポンプP11～P19に供給した。そして、P11～P19の吐出量、すなわち混合樹脂量は表1の通り設定した。

【0028】混合ギヤポンプP11～P19の吐出配管は、夫々図2に示される「超多層複合紡糸ダイ」の受入口H1～H9に接続した。これらの工程中、樹脂温度は210℃に保った。「超多層複合紡糸ダイ」の出口から排出されたストランドを引き伸ばし、延伸処理を行い、9層構造を有する直径1.0mmのプラスチック光ファイバを得た。そして、本プラスチック光ファイバに黒色ポリエチレンで被覆を行い、ケーブルを得た。

【0029】本プラスチック光ファイバを構成する各層の屈折率 $n_d$ は表1に示す通りであり、これを図示すると図3のようになる。すなわち、本プラスチック光ファイバは、中心が最も屈折率が高く、その円周外側に向かって屈折率がほぼ2次分布状に低下しているものである。

【0030】本プラスチック光ファイバの伝送損失は650nmにて300dB/kmであった。また、本プラスチック光ファイバの伝送帯域は1GHz/50m以上が認められた。

【0031】

【表1】

## 樹脂混合、計量、供給条件

	屈折率 nd	混合樹脂量 (CC/HR) P11 - P19	AS 割量	AS 量 (CC/HR)	PMMA 量 (CC/HR) P1 - P9
内層	1.507	15	0.181	2.6	12.4
2層	1.507	53	0.179	9.5	43.5
3層	1.506	90	0.170	15.3	74.7
4層	1.505	129	0.156	20.0	109.0
5層	1.503	167	0.135	22.6	144.4
6層	1.501	205	0.111	22.7	182.3
7層	1.499	243	0.080	19.5	223.5
8層	1.496	282	0.042	11.8	270.2
9層	1.492	319	0.000	0.0	319.0

## 【0032】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、グレーデッドインデックス型プラスチック光ファイバに準ずるマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバを、安定した品質で経済的に大量生産することができる。

【図面の簡単な説明】

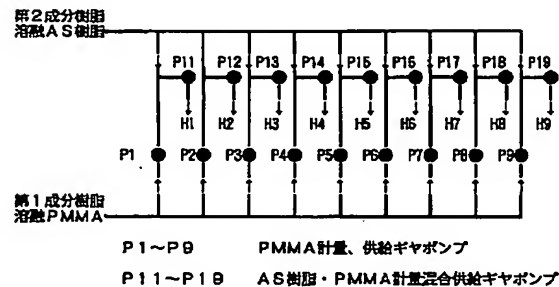
\*【図1】本発明の実施例に係るPMMA樹脂とAS樹脂の混合供給工程を説明するための図である。

20 【図2】本発明の実施例に係る「超多層複合紡糸ダイ」を概略的に示した断面図である。

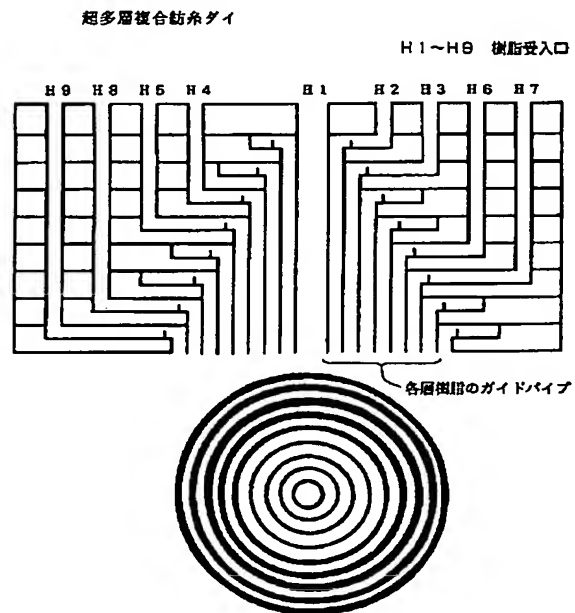
【図3】本発明の実施例に係るプラスチック光ファイバを構成する各層の屈折率を示す図である。

\*

【図1】



【図2】



(6)

特開平10-111414

【図3】

